

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-184592

(43)Date of publication of application : 05.07.1994

---

(51)Int.Cl.

C11D 1/28

B01F 17/06

B01F 17/42

---

(21)Application number : 04-355671

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 18.12.1992

(72)Inventor : MATSUI KOTARO  
HARA NOBORU

---

## (54) PRODUCTION OF HIGHLY CONCENTRATED SURFACTANT PASTE

(57)Abstract:

PURPOSE: To economically mass-produce in a high yield a highly concentrated paste of a salt of an alkyl ester of an  $\alpha$ -sulfo fatty acid which is flowable and can be industrially handled.

CONSTITUTION: A paste containing 30-70wt.% salt of an alkyl ester of an  $\alpha$ -sulfo fatty acid is mixed with a nonionic surfactant comprising, e.g. a polyoxyethylene alkyl ether, a polyoxyethylene alkylphenyl ether, a polyethylene glycol, a polyethylene glycol ester of a fatty acid or a decaglycerol ester of a fatty acid and then concentrated into a highly concentrated paste of the salt.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.12.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 01.02.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3250857

[Date of registration] 16.11.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-03106

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 01.03.2001

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-184592

(43)公開日 平成6年(1994)7月5日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

C11D 1/28

B01F 17/06

17/42

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号

特願平4-355671

(22)出願日

平成4年(1992)12月18日

(71)出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72)発明者 松井 孝太郎

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72)発明者 原 昇

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74)代理人 弁理士 白村 文男

(54)【発明の名称】 高濃度界面活性剤ペーストの製造方法

(57)【要約】

【構成】  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を30~70重量%含むペーストに、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリエチレングリコール、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、デカグリセリン脂肪酸エステル等の非イオン性界面活性剤を予め添加したのち、濃縮して $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩の高濃度ペーストを製造する。

【効果】 流動性があり、工業的にハンドリングが可能である $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩の高濃度ペーストを経済的に高収率で大量生産することが可能となり、工業的に有利である。

**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を 30～70 重量%含むペーストに、非イオン性界面活性剤を予め添加したのち、該ペーストを濃縮することを特徴とする高濃度界面活性剤ペーストの製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、高濃度でかつハンドリング可能な低粘度の  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩ペーストを、高回収率で効率的に製造する方法に関する。

**【0002】**

【従来の技術】 高濃度で陰イオン性界面活性剤を含むペースト（スラリー）を得る方法としては、以下の技術が従来から知られているが、それぞれ欠点を有している。

【0003】 1) 特開昭 53-5089 号公報：中和後の高級アルコール硫酸エステル塩および高級アルコールエトキシレート硫酸エステル塩との重量比が 1：2.4～1：1 の範囲内で、硫酸ナトリウムが全体の 4.0～14.0 重量%の範囲内になるように中和工程時に硫酸、硫酸ナトリウムを添加して上記硫酸化物を中和し、スラリーを減粘化させる方法。

<欠点>スラリー中に性能に関係ない硫酸ナトリウムが過分に存在してしまう。

【0004】 2) 特開昭 49-15706 号公報：メタノール、エタノール等の低級アルコールを添加して粘度を低下させる方法。

<欠点>低級アルコールが引火性の高い溶剤であるため、危険性がある。

【0005】 3) 特開昭 62-20597 号公報： $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を中性無機塩で塩析後分離する。

<欠点>スラリー中に性能に関係ない中性無機塩が混入し、さらに分離操作を必要とする。

**【0006】**

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、得られる濃厚ペースト中に不要な混入物が持ち込まれることなく、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を高濃度に含み、低粘度でハンドリングが可能な界面活性剤濃厚ペーストを、高回収率で効率的に製造することを目的とする。

**【0007】**

【課題を解決するための手段】 本発明の高濃度界面活性剤ペーストの製造方法は、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を 30～70 重量%含むペーストに、非イオン性界面活性剤を予め添加したのち、該ペーストを濃縮することを特徴とする。

**【0008】**

【発明の実施態様】  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩としては、脂肪酸残基の炭素鎖長が 8～18 で、エ

ステル部のアルキル基の炭素鎖長が 1～4 である  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩が好ましく、塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩あるいはアルカリ土類金属塩が代表的である。

【0009】 本発明において濃縮対象となる原料ペーストとしては、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を 30～70 重量%、好ましくは 50～68 重量%含むペーストが用いられる。本発明で減粘化剤として用いられる非イオン性界面活性剤としては、以下のものが好適である。

【0010】 (1) ポリオキシアルキレンアルキルエーテル：炭素数 8～40 の飽和または不飽和のアルコールに、エチレンオキシド（EO）、プロピレンオキシド（PO）またはブチレンオキシド（BO）、好ましくは EO または PO が単独であるいは混合して 3～25 モル、好ましくは 5～20 モル付加したものが望ましい。アルキレンオキシドが混合付加する場合は、ランダム付加でもブロック付加でもよい。

【0011】 (2) ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル：アルキル基またはアルケニル基の炭素数が 8～12 のアルキルフェノールに、エチレンオキシド（EO）、プロピレンオキシド（PO）またはブチレンオキシド（BO）が、好ましくは EO または PO が単独であるいは混合して 5～25 モル、好ましくは 8～20 モル付加したものが望ましい。混合付加する場合は、ランダム付加でもブロック付加でもよい。

【0012】 (3) ポリエチレングリコール：重量平均分子量 600～5000 のものが好ましい。

(4) ポリエチレングリコール脂肪酸エステル：脂肪酸残基の炭素数 8～22、エチレングリコールの重合度（エチレンオキシドの付加モル数）5～25。

(5) デカグリセリン脂肪酸エステル：脂肪酸残基の炭素数 8～22。

(6) ソルビタン脂肪酸エステル：脂肪酸残基の炭素数 8～22。

【0013】 非イオン性界面活性剤は、濃縮化される原料ペースト中の  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩に対して 0.1～30 重量%、好ましくは 5～25 重量%の範囲で、予め原料ペースト中に添加することが好ましい。この量が 0.1 重量%未満では、濃縮後に得られる高濃度界面活性剤ペーストの流動性が劣り、取扱いに支障をきたす。一方、30 重量%を超えて添加すると、得られる高濃度スラリー中の  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩の有効成分濃度が低下して好ましくない。

【0014】 非イオン性界面活性剤を減粘剤として添加後に濃縮操作を行なうことにより、高い回収率で効率的に濃縮処理が行なえる。ノニオン界面活性剤の添加がないと、フラッシュエバポレータ等による分離操作時に発泡して  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩が飛散して回収率が低下するが、本発明ではこのような発泡がな

く、高い回収率が得られる。

【0015】最終的に得られるペースト中の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩( $\alpha$ -SF)の水分に対する濃度 $[(\alpha\text{-SF})/(\alpha\text{-SF}+\text{水})]$ は、濃縮化後に対する濃縮化前の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩濃度の比率(以降濃縮化率と表示)として1.1以上の濃度とすることが好ましく、また、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩が有効成分濃度として50~80重量%の範囲で含まれるまで、ペーストを濃縮することが望ましい。

【0016】濃縮により得られた $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩ペーストは、ブルックフィールド型粘度計で測定した見掛け粘度として200P以下、好ましくは100P以下であり、流動性がありハンドリング可能な高濃度ペーストである。この高濃度 $\alpha$ -スルフォ脂

$\alpha$ -スルフォ脂肪酸(C=14~16)	83.0重量%
メチルエステルナトリウムのペースト(界面活性剤濃度:62.0%)	
ポリオキシエチレン(EOp=15)	17.0重量%
アルキル(C=12)エーテル(有効成分濃度:93%)	
合 計	100.0重量%

【0019】上記組成に従って、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩のペーストとポリオキシエチレンアルキルエーテルを混合し、ジャケット温度を75℃、真空度90Torrに保った真空薄膜蒸発装置(東京理化、Flash Evaporator FM-10)に連続的にフィードした。得られた高濃度界面活性

$\alpha$ -スルフォ脂肪酸(C=14~16)	90.5重量%
メチルエステルナトリウムのペースト(界面活性剤濃度:63.0%)	
ポリオキシエチレン(EOp=20)	9.5重量%
ノニルフェニルエーテル(有効成分濃度:90%)	
合 計	100.0重量%

【0021】上記組成に従って、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩のペーストとポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルを混合し、ジャケット温度を75℃、真空度120Torrに保った真空薄膜蒸発装置(東京理化、Flash Evaporator F

$\alpha$ -スルフォ脂肪酸(C=14~18)	86.0重量%
メチルエステルナトリウムのペースト(界面活性剤濃度:58.1%)	
ポリエチレングリコール(EOp=10)	14.0重量%
脂肪酸(C=18)エステル	
合 計	100.0重量%

【0023】上記組成に従って、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩のペーストとポリエチレングリコール脂肪酸エステルを混合し、ジャケット温度を75℃、真空度90Torrに保った真空薄膜蒸発装置(東京理化、Flash Evaporator FM

$\alpha$ -スルフォ脂肪酸(C=14~18)	90.5重量%
メチルエステルナトリウムのペースト(界面活性剤濃度:55.2%)	
デカグリセリンモノ脂肪酸(C=12)エステル	9.5重量%
合 計	100.0重量%

肪酸アルキルエステル塩ペーストの製造で用いられる濃縮化装置としては、特に規定はしないが、得られる高濃度ペーストが流動性を必要としていることから、薄膜式フラッシュエバポレーター等が好ましい。

【0017】

【発明の効果】本発明によれば、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を含む原料ペーストに予め減粘剤として非イオン性界面活性剤を添加したのち、この原料スラリーを濃縮することにより、流動性があり、工業的にハンドリングが可能である高濃度ペーストを経済的に高収率で大量生産することが可能となり、工業的な濃縮方法としては好適である。

【0018】

【実施例】

実施例1

剤ペースト中の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩の濃縮化率は、1.30であり、粘度は52P/70℃であった。結果を表1に示す。なお、上記組成中、Cはアルキル基の炭素数を、EOpはエチレンオキシドの平均付加モル数を示す。

【0020】実施例2

M-10)に連続的にフィードした。得られた高濃度界面活性剤ペースト中の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩の濃縮化率は、1.23であり、粘度は42P/70℃であった。結果を表1に示す。

【0022】実施例3

-10)に連続的にフィードした。得られた高濃度界面活性剤ペースト中の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩の濃縮化率は、1.30であり、粘度は60P/70℃であった。結果を表1に示す。

【0024】実施例4

【0025】上記組成に従って、 $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩のペーストとデカグリセリンモノ脂肪酸エステルを混合し、ジャケット温度を75℃、真空度105 Torrに保った真空薄膜蒸発装置（東京理化、Flash Evaporator FM

$\alpha$ -スルフォ脂肪酸（C=14～16）

100.0重量%

メチルエステルナトリウム（界面活性剤濃度：63.0%）

上記の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩のペーストをジャケット温度を75℃、および真空度100 Torrに保った真空薄膜蒸発装置（東京理化、Flash Evaporator FM-10）に連続的にフィードした。得られた高濃度界面活性剤ペースト

-10）に連続的にフィードした。得られた高濃度界面活性剤ペースト中の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩の濃縮化率は、1.57であり、粘度は80 P/70℃であった。結果を表1に示す。

【0026】比較例1

の $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩の濃縮化率は、1.06であったが、粘度が700 P/70℃で流動性がなかった。結果を表1に示す。

【0027】

【表1】

	実 施 例				比較例
	1	2	3	4	1
原料ペースト $\alpha$ -SFNa濃度(wt%) :	62.0	63.0	58.1	55.2	63.0
仕込液組成(wt比) :					
$\alpha$ -SFNa	76	87	78	84	100
ノニオンA	24	—	—	—	—
ノニオンB	—	13	—	—	—
ノニオンC	—	—	28	—	—
ノニオンD	—	—	—	12	—
濃縮条件 :					
ジャケット温度(℃)	75	75	75	75	75
真空度(Torr)	90	120	90	105	100
濃縮ペースト性状 :					
$\alpha$ -SFNa濃度(wt%)	80.6	77.5	75.5	86.7	66.8
濃縮化率	1.30	1.23	1.30	1.57	1.06
粘度(at 70℃ (P))	52	42	60	80	700
流動性	○	○	○	○	×
発泡性	○	○	○	○	×

$\alpha$ -SFNa :  $\alpha$ -スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム

ノニオンA : ポリオキシエチレンアルキルエーテル

ノニオンB : ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル

ノニオンC : ポリエチレングリコール脂肪酸エステル

ノニオンD : デカグリセリンモノ脂肪酸エステル

濃縮ペーストの $\alpha$ -SFNa濃度 :  $\alpha$ -SFNaと水との和を100重量%としたときの値

流動性 : ○ 流動性有り

× 自然落下せず

発泡性 : ○ 発泡無し

× 発泡有り